

SNI

SNI 06-6048-1999

Standar Nasional Indonesia



Rancangan
Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6048-1999

Metil ester

Badan Standardisasi Nasional - BSN

Pendahuluan

Penyusunan Standar Nasional Indonesia (SNI) Metil ester disusun dengan pertimbangan :

- Meningkatkan produktivitas dalam rangka meningkatkan daya saing
- Mewujudkan jaminan mutu
- Mendukung perkembangan industri agrokimia dan surfatant
- Menambah jumlah Standar Nasional Indonesia untuk produk kimia

Standar ini disusun berdasarkan hasil pembahasan dalam rapat teknis, pra konsensus pada dan terakhir dirumuskan dalam Rapat Konsensus Nasional pada tanggal 14 Desember 1998 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil-wakil dari produsen, balai uji yang diselenggarakan di Jakarta.

Standar Nasional Indonesia ini disusun oleh Balai Besar Industri Kimia Departemen Perindustrian dan Perdagangan.

Daftar isi

	Halaman
Pendahuluan	i
Daftar isi	ii
1. Ruang lingkup	1
2. A c u a n	1
3. Definisi	1
4. Istilah	1
5. Syarat mutu	2
6. Pengambilan contoh	2
7. Cara uji	3
8. Syarat lulus uji	7
9. Pengemasan	7
10. Syarat penandaan	7

Metil ester

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi ruang lingkup, acuan, definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, syarat penandaan dan pengemasan untuk Metil ester.

2 Acuan

2.1 SNI 01-3555-1998, Cara uji minyak dan lemak

2.2 SNI 01-3191-1992, Minyak nabati, penentuan warna

2.3 SNI 19-0429-1989, Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat.

2.4 SNI 06-3720-1995, Minyak biji bunga matahari.

2.5 ASTM Standards, D 3457-87, *Standard test method for preparation of methyl ester from fatty acids for determination of fatty acid composition by gas-liquid chromatography.*

2.6 ASTM Standards, D 1983-90, *Standards test method for fatty acid composition by gas-liquid chromatography of methyl ester.*

3 Definisi

Metil ester merupakan ester asam lemak yang dibuat melalui proses esterifikasi dari asam lemak dengan metil alkohol, berbentuk cairan.

4 Istilah

- FID adalah *Flame Ionization Detector*
- TCD adalah *Thermal Conductivity Detector*
- MSDS adalah *Material Safety Data Sheet*
- GC adalah *Gas Chromatography*
- DEGS adalah *Polydiethylene Glycol Succinate Polyester.*

5 Syarat mutu

Syarat mutu dari metil ester adalah seperti tabel 1 di bawah ini :

Tabel 1
Syarat mutu

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan		
			ME 1	ME 2	ME 3
1.	Komposisi asam lemak, % b/b				
	C ₆	-	maks. 6	-	-
	C ₈	-	45 - 65	maks. 1,0	maks. 1,0
	C ₁₀	-	30 - 55	maks. 1,0	maks. 1,0
	C ₁₂	-	maks. 0,5	47 - 57	52 - 58
	C ₁₄	-	maks. 0,5	15 - 19	19 - 23
	C ₁₆	-	-	8 - 11	9 - 13
	C ₁₈	-	-	18 - 25	10 - 15
	C ₂₀	-	-	maks. 0,5	maks. 0,5
2.	Bilangan asam	mg KOH/g contoh	maks. 0,5	maks. 0,5	maks. 0,5
3.	Bilangan penyabunan	mg KOH/g contoh	325 - 345	225 - 245	235 - 245
4.	Bilangan Iod	g Iod/100 g	maks. 0,5	16 - 20	8 - 13
5.	Kadar air, % b/b	-	maks. 0,1	maks. 0,1	maks. 0,1
6.	Warna (lovibond)				
	* merah	-	maks. 0,5	maks. 0,5	maks. 0,5
	* kuning	-	maks. 5	maks. 5	maks. 5
7.	Bahan yang tak tersabunkan, % b/b	-	maks. 0,5	maks. 0,5	maks. 0,5

6 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0429-1989, Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat.

7 Cara uji

7.1 Komposisi asam lemak

7.1.1 Prinsip

Sampel dianalisa dengan kromatograf gas dan kadar masing-masing asam lemak dihitung dengan membandingkan antara luas puncak asam lemak tersebut dengan jumlah seluruh luas puncak asam lemak.

7.1.2 Pereaksi

Standar metil ester asam lemak

Standar ini merupakan metil ester sintetik yang terdiri dari asam palmitat, stearat, oleat, linoleat, linolenat, dan asam lainnya atau komposisinya sama dengan sampel yang akan dianalisa. Untuk mengoptimalkan kondisi operasi maka kandungan metil ester oleat kira-kira sama dengan kandungan metil ester stearat.

7.1.3 Peralatan

7.1.3.1 Alat kromatograf gas yang mempunyai kondisi sebagai berikut :

Pemanas kolom : Suhu awal 190°C

Suhu akhir 210°C

Injektor : Suhu 60°C di atas suhu maksimum pemanas kolom

Ditektor : Daftar istilah FID atau TCD suhu sama atau lebih panas dari suhu kolom

Kolom : Panjang 1,5 - 3,0 m. Diameter dalam 6,4 mm, bahan dari gelas atau baja nir karat atau tembaga. Isi fase cair 20 % Polydiethylene glycol succinate polyester (DEGS)

Recorder : Kecepatan 13 - 15 mm/menit

Gas pembawa : Helium

7.1.3.2 Jarum suntik (*Syringe*) dengan kapasitas 10 μ l.

7.1.3.3 Elektronik atau Integrator mekanik.

7.1.4 Persiapan alat

7.1.4.1 Alirkan gas belum ke GC dan atur temperatur injektor, kolom dan detektor sesuai dengan ketentuan 7.1.3.1.

Untuk mengecek kestabilan alat pada alat rekaman muncul garis lurus. Khusus untuk kolom yang baru dipakai temperatur kolom dipertahankan selama 24 jam atau sampai terbentuk garis lurus yang stabil.

7.1.4.2 Kecepatan gas yang digunakan harus dapat mengelusi metil ester rantai pendek dan metil ester linolenat dalam waktu 30 menit atau kurang. Tekanan gas pada injektor tidak boleh melebihi 40 psi (280 kPa). Kecepatan gas yang konstan harus dipertahankan terus selama analisa agar didapatkan signal yang liner. Fase diam poliester sangat mudah dipengaruhi oksigen dan hidrolisa. Oleh sebab itu gas pembawa harus murni dan bebas oksigen.

7.1.4.3 Ambil 0,5 - 3 µl standar metil ester asam lemak dengan syringe, bersihkan ujung jarum dari sisa larutan standar, injek dengan cepat dan tarik. Pada kertas rekaman akan muncul puncak kecil yang berasal dari udara dan diikuti oleh puncak yang berasal dari pelarut yang masih tersisa.

7.1.4.4 Setelah kondisi optimum didapatkan, injekkan standar metil ester sekali lagi dan jasa alat pencatat sehingga puncaknya tidak melebihi skala pada kertas.

7.1.4.5 Kondisi alat yang baik dapat dilihat dengan terpisahnya puncak oleat dan stearat. Pemisahan ini dapat dinyatakan dengan resolusi puncak atau *peak resolution* (R) yang dihitung melalui persamaan berikut :

$$R = \frac{2Y}{S + O}$$

Keterangan :

Y adalah jarak antara puncak maksimum stearat dan oleat

S adalah lebar dasar puncak stearat

O adalah lebar dasar puncak oleat

Jika $R > 1$ berarti kondisi alat sudah baik

7.1.5 Kalibrasi

Faktor kalibrasi sangat perlu ditentukan untuk mengoreksi apakah alat dapat menghasilkan respon yang baik atau tidak. Ini dapat dilihat dari nilai relative respon (respon relatif) yang dihitung dengan cara sebagai berikut :

$$\text{Respon relatif} = \frac{A}{A_{\text{palmitat}}}$$

A adalah $\frac{\text{luas masing-masing puncak pada standar}}{\% \text{ (b/b)}}$

A_{palmitat} adalah $\frac{\text{luas puncak palmitat}}{\% \text{ (b/b)}}$

Nilai respon relatif yang di dapatkan dibandingkan dengan tabel 2 berikut :

Tabel 2
Nilai respon relatif

Jenis ester	Respon relatif
Miristat	1,03
Palmitat	1,00
Margarat	0,99
Oleat	0,95
Linoleat	0,92
Linolenat	0,90

7.1.6 Cara kerja

7.1.6.1 Gunakan kondisi yang sama untuk standar metil ester asam lemak dan sampel sehingga didapatkan tinggi puncak dari masing-masing komponen antara 15 - 85 % dari skala.

7.1.6.2 Setelah semua puncak muncul dan alat perekam sudah kembali membentuk garis lurus analisa selesai dan lakukan identifikasi.

7.1.6.3 Identifikasi harus dilakukan dengan membandingkan standar dengan sampel pada kondisi yang sama. Munculnya puncak dari masing-masing ester didasarkan dengan pertambahan jumlah atom karbonnya dan juga berdasarkan pertambahan ikatan tak jenuh untuk senyawa yang mempunyai atom karbon yang sama misalnya C_{16} lebih dahulu muncul dari C_{17} dan untuk C_{18} yang paling dahulu muncul stearat, oleat, linoleat dan linolenat. Untuk C_{20} jenuh (arachidit) ester biasa muncul setelah $C_{18,3}$ (linolenat). Tetapi ketentuan ini dapat terjadi sebaliknya bila kolom yang digunakan tidak sama.

7.1.7 Perhitungan

7.1.7.1 Jika alat perekam dilengkapi dengan integrator, luas puncak dapat dihitung langsung dengan mengikuti keliling puncak tersebut. Jika tidak dilengkapi dengan integrator, luas puncak dapat dihitung dengan perkalian antara tinggi puncak dan lebar pada setengah tinggi (luas segitiga) jumlahkan seluruh luas puncak.

7.1.7.2 Prosentasi masing-masing puncak didapatkan dari luas puncak yang akan ditentukan dibagi dengan jumlah seluruh luas puncak dikali 100%.

$$\text{Misal \% } C_6 = \frac{\text{Luas puncak } C_6}{\text{Jumlah luas seluruh puncak}} \times 100$$

7.2 Bilangan asam

Cara uji bilangan asam sesuai dengan SNI 01-3555-1998, Cara uji minyak dan lemak, butir 8.

7.3 Bilangan penyabunan

Cara uji bilangan penyabunan sesuai dengan SNI 01-3555-1998, Cara uji minyak dan lemak, butir 7.

7.4 Bilangan Iod

Cara uji bilangan Iod sesuai dengan SNI 01-3555-1998, Cara uji minyak dan lemak, butir 6.

7.5 Kadar air

Cara uji kadar air sesuai dengan SNI 01-3555-1998, Cara uji minyak dan lemak, butir 4.

7.6 W a r n a

Cara uji warna sesuai dengan SNI 01-3191-1992, Minyak nabati, penentuan warna.

7.7 Bahan yang tak tersabunkan

Cara uji bahan yang tak tersabunkan sesuai dengan SNI 06-3720-1995, Minyak biji bunga matahari.

8 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji, jika memenuhi persyaratan yang ada.

9 Syarat penandaan

Pada kemasan harus dicantumkan :

- Nama dan alamat produsen
- Merek
- Isi (berat) bersih
- "Material safety data sheet"

10 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id